# First Hit

Generate Collection Print

L3: Entry 6 of 10

File: DWPI

Oct 3, 2000

DERWENT-ACC-NO: 2000-667844

DERWENT-WEEK: 200114

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Photopolymerizable composition containing crosslinkable polymer, poly(meth) acrylic monomer, silane coupling agent, and photoinitiator, moisture-cure type hardenable pressure sensitive adhesive sheet, and bonding method of members

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

SEKISUI CHEM IND CO LTD

SEKI

PRIORITY-DATA: 1999JP-0081862 (March 25, 1999)

Search Selected Search ALL Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES MAIN-IPC

JP 2000273418 A

October 3, 2000

006

C09J007/02

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP2000273418A

March 25, 1999

1999JP-0081862

INT-CL (IPC): <u>B32 B</u> 27/00; <u>C08 J</u> 5/18; <u>C08 L</u> 83/06; <u>C09 J</u> 7/02; <u>C09 J</u> 9/00; <u>C09 J</u> 133/04; <u>C09 J</u> 201/00

133, 31, 333 3 231, 33

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2000273418A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - A novel photopolymerizable composition (P1) contains crosslinkable polymer (a) having at least two alkoxysilyl groups in a molecule, (meth)acrylic monomer (b) having at least two (meth)acrylic groups in a molecule, silane coupling agent (c) having amino group, and photopolymerization initiator (d).

DETAILED DESCRIPTION - Also claimed is as an independent claim a moisture-cure type hardenable pressure sensitive adhesive sheet (P2) that is obtained by being made to photopolymerize by means of irradiation of light and contains still practically unreacted alkoxysilyl group. Also claimed is as an independent claim a moisture-cure type hardenable pressure sensitive adhesive sheet (P3) consisting of a base material sheet and a moisture-cure type hardenable pressure sensitive adhesive layer that is obtained by photopolymerizing (P1) by irradiating light and contains still practically unreacted alkoxysilyl group and has been formed on the surface of the base material sheet. Also claimed is as an independent claim a bonding method for members (M) comprising: (1) lamination process wherein (P2) is laminated with surfaces of two members; and (2) hardening process wherein (P2) is made to harden

with moisture in the atmosphere.

USE - (P1) is suitably used for manufacture of moisture-cure type adhesive that is suitably used for bonding inorganic materials like concrete and Ca silicate boards and woody materials or sealing application, particularly for manufacture of (P2) and (P3).

ADVANTAGE - (P1) and (P2) or (P3) is excellent in initial pressure sensitive adhesion and shape retention and can exhibit sufficiently enough high final adhesion strength excellent in water resistance and durability to inorganic substrates like concrete and Ca silicate and woody materials.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: COMPOSITION CONTAIN CROSSLINK POLYMER POLY METHO ACRYLIC MONOMER SILANE COUPLE AGENT PHOTOINITIATOR MOIST CURE TYPE HARDEN PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE SHEET BOND METHOD MEMBER

DERWENT-CLASS: A14 A81 G03 P73

CPI-CODES: A08-C01; A08-C07; A08-D01; A08-M01D; A12-A05; G03-B01; G03-B02;

## ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1] 018; D01 D11 D10 F87; P0000; L9999 L2391; L9999 L2073; M9999 M2073; K9847\*R K9790 Polymer Index [1.2] 018; ND04; ND01; Q9999 Q6677 Q6644; N9999 N5721\*R; N9999 N7192 N7023; Q9999 Q7818\*R; ND03; ND07; K9610 K9483; K9994 K9483; K9609 K9483; B9999 B4988\*R B4977 B4740; B9999 B4386 B4240; K9847\*R K9790; B9999 B5301 B5298 B5276; B9999 B4706\*R B4568; Q9999 Q7001 Q6995 Polymer Index [1.3] 018; R01740 G2335 D00 F20 H\* O\* 6A; A999 A157\*R Polymer Index [1.4] 018; D01 D12 D10 D26 D51\*R D54 D51 D55 D57 D58; A999 A179 A157; A999 A771 Polymer Index [1.5] 018; G2459\*R D01 F07 Si 4A; A999 A033

# SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2000-202985 Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2000-494903

# First Hit

# Generate Collection Print

L3: Entry 1 of 10

File: JPAB

Oct 3, 2000

PUB-NO: JP02000273418A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000273418 A

TITLE: OPTICALLY POLYMERIZABLE COMPOSITION, MOISTURE-HARDENABLE TYPE PRESSURE-

SENSITIVE ADHESIVE SHEET AND CONNECTION OF MEMBER

PUBN-DATE: October 3, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MATSUDA, MASANORI NAKASUGA, AKIRA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SEKISUI CHEM CO LTD

APPL-NO: JP11081862

APPL-DATE: March 25, 1999

INT-CL (IPC): <u>C09</u> <u>J</u> <u>7/02</u>; <u>B32</u> <u>B</u> <u>27/00</u>; <u>C08</u> <u>J</u> <u>5/18</u>; <u>C08</u> <u>L</u> <u>83/06</u>; <u>C09</u> <u>J</u> <u>9/00</u>; <u>C09</u> <u>J</u>

133/04; C09 J 201/00

# ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition capable of providing a moisture- hardenable type adhesive not only excellent in initial adhesion and shape retainability but also capable of exhibiting a sufficient adhesive strength to a concrete, or the like, by including a specific crosslinkable polymer, a (meth) acrylic monomer, and the like.

SOLUTION: This composition comprises (A) a crosslinkable polymer having two or more alkoxysilyl groups in the molecule, (B) a (meth)acrylic monomer having two or more (meth)acrylic groups in the molecule (e.g. urethane acrylate), (C) a silane coupling agent having amino groups [e.g. N-(2-aminoethyl)-3-aminopropylmethyldimethoxysilane], and (D) a photopolymerization initiator (e.g. 4-(2-hydroxyethoxy)phenyl). For example, the proportion of the formulation is regulated so as to be 10-100 pts.wt. component B, 0.1-10 pts.wt. component C and 0.01-10 pts.wt. component D based on 100 pts.wt. component A.

COPYRIGHT: (C) 2000, JPO

## (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-273418 (P2000-273418A)

(43)公開日 平成12年10月3日(2000.10.3)

(51) Int.Cl."	識別記号	F I 5-73	-ド( <del>参考</del> )
CO9J 7/02		C 0 9 J 7/02 Z 4	F071
B 3 2 B 27/00		B 3 2 B 27/00 M 4	F100
CO8J 5/18		C 0 8 J 5/18 4	J 0 0 2
CO8L 83/06		C 0 8 L 83/06 4	J 0 0 4
CO9J 9/00		C 0 9 J 9/00 4	J 0 4 0
	審查請求	: 未請求 請求項の数4 OL (全 6 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特願平11-81862	(71)出願人 000002174	
		積水化学工業株式会社	
(22)出顧日	平成11年3月25日(1999.3.25)	大阪府大阪市北区西天満2丁目	4番4号
		(72)発明者 松田 正則	
		京都市南区上鳥羽上調子町2-	· 2 植水化
	•	学工業株式会社内	
		(72)発明者 中毒質 章	A 40 1. M.
		京都市南区上鳥羽上調子町2-	2 模水化
		学工業株式会社内	

(54) 【発明の名称】 光重合性組成物、湿気硬化型粘接着性シート、及び部材の接合方法

## (57)【要約】

【課題】 初期粘着力及び形状保持性に優れているとともに、特にコンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機材や木材等に対して十分な接着強度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有する光重合性組成物、この組成物を用いてなる湿気硬化型粘接着性シート及び部材の接合方法。

【解決手段】 (a)分子中に2個以上のアルコキシシリル基を有する架橋性ポリマー、(b)分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー、(c)アミノ基を有するシランカップリング剤、及び(d)光重合性開始剤が含有されてなることを特徴とする光重合性組成物、この組成物を用いた湿気硬化型粘接着性シート、及び部材の接合方法。

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)分子中に2個以上のアルコキシシ リル基を有する架橋性ポリマー、(b)分子中に(メ タ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノ マー、(c) アミノ基を有するシランカップリング剤、 及び(d)光重合性開始剤が含有されてなることを特徴 とする光重合性組成物。

【請求項2】 請求項1記載の光重合性組成物を、光照 射することにより重合して得られる、実質的に未反応状 態のアルコキシシリル基を有することを特徴とする湿気 10 硬化型粘接着性シート。

【請求項3】 請求項1記載の光重合性組成物が光重合 されて、基材上に、実質的に未反応状態のアルコキシシ リル基を有する粘接着剤層が形成されてなることを特徴 とする湿気硬化型粘接着性シート。

【請求項4】 請求項2記載の湿気硬化型粘接着性シー トを被着体に貼り合わせ接合部材を貼り合わせた後、雰 囲気中の湿気によって前記湿気硬化型粘接着性シートを 硬化させる工程を包含することを特徴とする部材の接合 方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、光重合することに より、常態は粘着性であるが、特にコンクリートやケイ 酸カルシウム板等の無機材や木材の接着・シーリングに 用いて好適な湿気硬化型粘接着剤を供し得る光重合性組 成物、及びこの組成物から得られる湿気硬化型粘接着性 シート、並びに部材の接合方法に関する。

# [0002]

【従来の技術】従来より、様々な分野での接着固定にお 30 いて、高い初期粘着力と十分な経時接着力の両方を有す る粘接着剤及びその接合方法の出現が望まれており、最 近では、湿気硬化性の接着剤や粘着テープが利用されて いる。この湿気硬化性の粘着テープとしては、例えば、 特開昭63-61076号公報に、アルコキシシリル基 を有するアクリルポリマーとアルコキシシリル基を有す るポリエーテルポリマーとを配合したシーリング材が開 示されている。この様な湿気硬化性の接着剤やシーリン グ材は、粘性な液状組成物として被着体に塗布できるた めに、無機材や木材のような凹凸の表面を有する被着体 40 の接合や隙間のシーリングに適しているため多用されて

【0003】しかしながら、この材料では液状であるた めに部材を接合した際に接着剤がサイドから滲み出した り、部材の圧着により接着剤層の厚みが薄くなって硬化 後も剥離力が発現できないという問題があった。また、 硬化に長時間を要するため、部材を接合した直後に次工 程での処理を行おうとすると接合部材がずれたり剥がれ たりするという問題もあった。

-137137号公報には、アクリレートモノマーの他 に、カルボキシル基含有ビニルモノマーとアルコキシシ リル基を2個以上有する架橋性ポリマーを含ませた光重 合性組成物を基材に塗工し光重合した粘着テープが開示 され、この公報の記載によれば、初期粘着力が高いとと もに、経時により湿気硬化して無機材や木材などに強力 な接着力を発揮し得る粘着テープが得られたとされてい る。

2

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記公 報記載の技術において、確かに光重合性組成物の光重合 により、液状粘着剤に起因する渗み出し等の問題点は解 決されるものの、本発明者等の検討によれば、湿気硬化 後の無機材や木材などへの接合力の点で更に改善を必要 とするものであった。

【0006】本発明は、上記従来の湿気硬化型粘接着剤 の分野における問題点に鑑みて、初期粘着力及び形状保 持性に優れているとともに、特にコンクリートやケイ酸 カルシウム板等の無機材や木材等に対して十分な接着強 度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有する湿 気硬化型粘接着剤を、光重合により供し得る光重合性組 成物、及びこの組成物を用いてなる湿気硬化型粘接着性 シート、並びに部材の接合方法を提供することを目的と する。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため に、請求項1記載の本発明に係る光重合性粘接着性組成 物は、(a)分子中に2個以上のアルコキシシリル基を 有する架橋性ポリマー、(b)分子中に(メタ)アクリ ル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー、

- (c) アミノ基を有するシランカップリング剤、及び
- (d) 光重合性開始剤が含有されてなることを特徴とす る。また、請求項2記載の本発明に係る湿気硬化型粘接 着性シートは、請求項1記載の光重合性組成物を、光照 射することにより重合して得られる、実質的に未反応状 態のアルコキシシリル基を有することを特徴とする。

【0008】また、請求項3記載の本発明に係る湿気硬 化型粘接着性シートは、請求項1記載の光重合性組成物 が光重合されて、基材上に、実質的に未反応状態のアル コキシシリル基を有する粘接着剤層が形成されてなるこ とを特徴とする。更に、請求項4記載の本発明に係る部 材の接合方法は、請求項2記載の湿気硬化型粘接着シー トを被着体に貼り合わせ接合部材を貼り合わせた後、雰 囲気中の湿気によって前記湿気硬化型粘接着シートを硬 化させる工程を包含することを特徴とする。

【0009】以下、本発明を更に詳細に説明する。尚、 本明細書において、例えば、「(メタ)アクリル基」と は「メタクリル基又はアクリル基」を表示するものとす る。請求項1記載の光重合性粘接着性組成物には、分子 【0004】この様な問題を解決するために、特開平9 50 中に2個以上のアルコキシシリル基を有する架橋性ポリ マー(a)が含有される。この架橋性ポリマー(a)はポリエーテル鎖を主鎖とするもので、例えば、アクリルポリマーの末端もしくは側鎖にアルコキシシリル基を有するもの、ポリエーテルの末端にアルコキシシリル基を有するもの、ポリエステルの末端にアルコキシシリル基を有するもの、ポリカーボネートの末端にアルコキシシリル基を有するものが挙げられる。

【0010】市販品としては、例えば、「カネカMSポリマー20A」、「カネカMSポリマー#300シリーズ」、「カネカサイリル5A01」(以上、全て鐘淵化 10学工業社製)等が挙げられる。この架橋性ポリマー

(a)中のアルコキシシリル基が、水分や湿気により加水分解されて架橋し、高い接着強度を得ることができると共に、例えば、コンクリート壁等の無機質表面に接着すると、無機質表面に存在するアルミニウム、シリコン、鉄等の金属元素との縮合反応により「Si-O-M」結合を形成し、界面の接着強度を向上させることができる。

【0011】上記湿気硬化型光重合性粘接着性組成物には、アミノ基を有するシランカップリング剤(c)が含 20 有されており、このために無機材や木材との接合力が高く耐水性を発現することとなり、また、分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー(b)が含有されているために、光重合においても高い凝集力を発現できる。分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー(b)としては、ウレタンアクリレート、ポリエステルアクリレート、ポリエーテルアクリレート、ポリアクリレートにラジカル重合性の不飽和結合をグラフトしたビニル基グラフトアクリレートが挙げられる。 30

【0012】本発明の光重合性組成物において、(メタ)アクリル基を有する(メタ)アクリルモノマーとしては、分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリレートモノマー(b)の他、分子中に(メタ)アクリル基を1個有する(メタ)アクリレートモノマーが適宜量用いられても良く、好ましくは、両者の合計量中、上記(b)の割合が50~100重量%とされる。

【0013】またアミノ基を有するシランカップリング 剤(c)としては、好ましくは、活性アミノ基を有する 40 アルコキシシラン化合物が用いられ、例えば、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン 等の2 官能シランカップリング剤、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルトリメトキシシラン等の3 官能シランカップリング剤、また、分子内のアミノ基が 1級、2級、3級の化合物や多アミノ基数の化合物、アルコキシシラン部がメトキシ以外である化合物等が挙げられる。

【0014】上記光重合性開始剤(d)としては、光ラ  $\sim$ 100重量部、分子中にアミノ基を有する分子量20ジカル重合性開始剤が好ましく用いられ、例えば、4-5000以下のシランカップリング剤(c)を $0.1\sim$ 10

(2ーヒドロキシエトキシ)フェニル (2ーヒドロキシー2ープロピル)ケトン [チバガイギー社製、商品名「ダロキュアー2959」]、2ーヒドロキシー2,2ージメチルアセトフェノン [チバガイギー社製、商品名「ダロキュアー1173」]、1ーヒドロキシシクロへキシルフェニルケトン [チバガイギー社製、商品名「イルガキュアー184」]、メトキシアセトフェノン、2,2ージメトキシー2ーフェニルアセトフェノン [チバガイギー社製、商品名「イルガキュアー651」]等のアセトフェノン系開始剤、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインプロピルエーテル等のベンゾインエーテル系開始剤、ベンジルジメチルケタール等のケタール系

4

ル、ペンソインプロビルエーテル等のペンソインエーテル系開始剤、ベンジルジメチルケタール等のケタール系開始剤、その他、ハロゲン化ケトン、アシルホスフィンオキシド、アシルホスフィナート、2.4.6ートリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド(BASF社製、商品名「ルシリンTPO」)等が挙げられ、これらは単独で使用されてもよいし、また2種類以上併用されてもよい。

【0015】上記光ラジカル重合性開始剤の内、波長4 00 nmにおける分子吸光係数が100以上であるもの が、光重合の反応効率の点で好ましい。上記各成分の配 合は、分子中に2個以上のアルコキシシリル基を有する 架橋性ポリマー (a) を100重量部とした場合に、分 子中に (メタ) アクリル基を有する (メタ) アクリレー トモノマー (b) を10~100重量部、分子中にアミ ノ基を有する分子量2000以下のシランカップリング 剤(c)を0.1~10重量部、光ラジカル重合性開始 剤(d)を0.01~10重量部とするのが好ましい。 【0016】更に、本発明の光重合性組成物には、シラ ノール縮合触媒、充填剤や増量剤、連鎖移動剤、アミノ 基以外の官能基を有するシランカップリング剤、粘着付 与剤、反応性の官能基を有するモノマーを添加すること ができる。上記シラノール縮合触媒としては、従来公知 のものが使用可能で、例えば、ジブチル錫ジラウレー ト、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ジアセテート、 ジブチル錫フタレート、ビス (ジブチル錫ラウリン酸) オキサイド、ジブチル錫ビスアセチルアセトナート、ジ ブチル錫ビス (モノエステルマレート)、オクチル酸 錫、ジブチル錫オクトエート、ジオクチル錫オキサイド 等の錫系触媒、テトラ-n- ブトキシチタネート、テトラ イソプロポキシチタネート等のチタネート化合物、ジブ チルアミン-2- エチルヘキソエート等のアミン塩や、他 の酸性触媒等が挙げられ、これらは単独でまたは2種以 上を併用して使用することが出来る。

【0017】上記錫系触媒の配合は、分子中に2個以上のアルコキシシリル基を有する架橋性ボリマー(a)を100重量部とした場合に、分子中に(メタ)アクリル基を有する(メタ)アクリレートモノマー(b)を10~100重量部、分子中にアミノ基を有する分子量200以下のシランカップリング剤(c)を0.1~10

重量部、光ラジカル重合性開始剤(d)を0.01~1 0重量部、錫系触媒(e)を0.01~5重量部とする のが好ましい。

【0018】上記充填剤としては、例えば、ガラスバル ーン、アルミナバルーン、シラスバルーン、フライアッ シュバルーン等の無機系中空微粒子、ガラスビーズ、シ リカビーズ、シリカゲル、アルミナシリカ、フライアッ シュ、合成雲母等の無機系微粒子、ケイソウ土、多孔質 シリカ等の多孔質フィラー、ポリメタクリル酸メチル、 アクリロニトリルー塩化ビニリデン共重合体、ポリスチ 10 レン、フェノール樹脂等からなる有機系中空微粒子、ポ リメタクリル酸メチルビーズ、ポリスチレンビーズ、ナ イロンビーズ、スチレンアクリルビーズ、ウレタンビー ズ、シリコーンビーズ、ポリエチレンビーズ、ポリプロ ピレンビーズ、エチレン一酢酸ビニル共重合体のビー ズ、ポリアクリル酸エチルのビーズ等の有機系微粒子、 立方体状アルミナシリカ、ガラスフレーク、ガラス繊 維、鎖状粘土鉱物等が挙げられ、これらは単独で使用さ れてもよいし、また2種類以上併用されてもよい。

【0019】上記光重合する際に、重合反応のばらつき 20 しい。を抑え、得られる共重合体の分子量を適切に調整する目的で、光重合性組成物中に連鎖移動剤が添加されてもよく、例えば、nードデシルメルカプタン、2ーメルカプトプロピオン酸、カーメルカプトプロピオン酸オクチル、βーメルカプトプロピオン酸オクチル、βーメルカプトプロピオン酸メトキシブチル、トリメチロールプロバントリスは多一大力ではオール類、ブタンチオール類、チオホスファイト類等のチオール化合物や四塩化炭素などのハロゲン化合物等が挙げられ、これらは単独で使用されてもない。 相面に

【0020】上記光重合性組成物中には、光重合性を阻害しない範囲で必要に応じて、粘着付与樹脂が添加されてもよく、例えば、C5系及びC9系水添石油樹脂、水添ロジン樹脂、水添テルペン樹脂、水添テルペンフェノール樹脂、水添クマロン・インデン樹脂、不均化ロジン樹脂、不均化ロジン樹脂、不均化ロジンオステル樹脂、重合ロジン樹脂、重合ロジンエステル樹脂等の不飽和結合の比較的少ない樹脂が挙げられ、これらは単独で使用されてもよいし、また2種類以上併用されてもよりい。

【0021】また、上記粘着付与樹脂の添加により、分子量低下や重合速度低下といった重合阻害がある場合は、上記多官能性ビニルモノマーや上記連鎖移動剤の添加量を適宜調節する必要がある。

【0022】次に上記湿気硬化型粘接着性シートの製造プロセス条件に関して述べる。基本的なプロセスとしては、上述の光重合性組成物をロールコーター等の塗工機を用いて剥離シート等の基材上に塗布し、その後、光照射して基材上で重合する方法が挙げられる。

【0023】上記光照射に使用可能なランプとしては、 光波長400nm以下に発光分布を有するもの、例えば 低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、 ケミカルランプ、ブラックライトランプ、マイクロウェ ーブ励起水銀灯、メタルハライドランプ等が挙げられ、 光重合性開始剤の分解に有効な波長領域(通常330~ 400nm)の光を効率良く発光し、また、厚膜シート を効率よく重合できるという点などから、ケミカルラン アが好ましく用いられる。

6

【0024】また、ランプの照射強度は、光重合性組成物により得られる共重合体の重合度を左右するため、目的とする製品の性能により適宜選択される。例えば、通常のアセトフェノン基を有する開製型の光重合性開始剤の場合、上記照射強度は、低くなると酸素による重合阻害のために反応開始までの時間がばらつき、重合度の一定した重合物が得られにくくなり、また高くなると初期のラジカル発生量が多くなり、分子量が低下するために感圧接着性や凝集力と応力緩和性のバランスがとれにくくなるので、0.1~100mW/cm2の範囲が好ましい。

【0025】上記湿気硬化型粘接着性シートは、シリル基を有する架橋性ポリマー(a)を含有した組成物中に、分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー(b)とアミノ基を有するシランカップリング剤(c)とを含有しているため、光重合後も、実質的に未反応状態のアルコキシシリル基を有する粘接着剤層が形成されており、このため、湿気等によるシラノール基を介在した架橋が速かに進行するため、初期粘着力及び形状保持性に優れているとともに、特にコンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機材や木材等の粗面に対しても十分な接着強度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有する接着剤層を形成し得る。

【0026】請求項3記載の部材の接合方法は、上記湿気硬化型粘接着性シートを被着体に貼り合わせ接合部材を貼り合わせた後、雰囲気中の湿気によって前記湿気硬化型粘接着性シートを硬化させる工程を包含するものであり、被着体もしくは接合部材としてコンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機材や木材等を用いた場合に、特に効果的である。

【0027】以下、本発明の実施例について説明する。なお、以下の配合組成の数字は「重量部」を意味する。【0028】

【実施例】(実施例1及び比較例1、2)

「光重合性組成物の調製」表1の配合組成に従って、ガラス瓶中に、(a)~(f)の各種ポリマー、モノマー、触媒等を加え、均一分散するまで撹拌混合した後、窒素ガスを充填して溶存酸素を除去し、光重合性組成物を調製した。

【0029】具体的には、架橋性ポリマー(a)として 50 変性シリコーンポリマー(鐘淵化学工業社製、商品名 7

「カネカMSポリマー303」)を、分子中にアクリル \* 基を2個以上有するアクリルモノマー(b)として2官能ウレタンアクリレート(新中村化学工業社製、商品名「UA-340P」)を、アミノ基を有するシランカップリング剤(c)としてアミノシラン(チッソ社製、商品名「S320」)を、光重合性開始剤(d)として、2.4.6ートリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド(BASF社製、商品名「ルシリンTPO」)と2ーヒドロキシー2、2ージメチルアセトフェノン(チバガイギー社製、商品名「グロキュアー1173」)メル 10 ク社製とを、更に錫系触媒(e)としてビス(ジブチル 錫ラウリン酸)オキサイド(三共有機合成社製、商品名「SB-65」)を用い、又、単官能アクリレート(f)としてブチルアクリレートを用いた。

【0030】「湿気硬化型粘着性シートの作製」上記光 重合性組成物を片面離型処理された38μmの透明なポ リエチレンテレフタレート (PET) フィルムの離型処 理面上に塗工し、更に同一のPETフィルムで離型処理 面が露出面と接触するようにカバーした後、ケミカルラ ンプを用いて照射強度5mW/cm2 の紫外線を15分\*20

\* 間照射することにより、表1記載の厚み1.0±0.2 mmの湿気硬化型粘着シートを得た。

【0031】「性能評価」

凝集力の発現 (テープ化)

紫外線を照射した後、片面の離型PET を剥がしたとき、 上記粘着シートが凝集破壊せずにPETフィルムから界 面剥離する状態をもってテープ化ができたと評価した。 剥離強度

まず、上記湿気硬化性粘着シートを幅20mm×長さ20mmに裁断した後、片面のPETフィルムを剥がし、ケイ酸カルシウム板(日本テストパネル社製、幅20mm×長さ40mm×厚さ5mm)の長手方向の末端に貼付した後、同じケイ酸カルシウム板で挟み、2kgの圧着ローラーを300mm/分の速度で2往復させることにより圧着し、更に50℃の恒温室内で168時間放置した。引っ張り速度300mm/分で180℃割裂接着強度を測定した結果をその破壊形態と共に表1に示した。但し単位はKgf/20mm幅である。

[0032]

【表1】

		実施例	比較例	
		ı	1	2
配合合組成(二	アルコキシシリル基含有架橋性ポリマ ー (a) MS 3 0 3	100	100	100
	2官能性ウレタンアクリレート(b) UA-340P	5 0	5 0	
	アミノシラン (c) S320	4		4
	光ラジカル重合開始剤(d) が川ン TP	0. 4	0. 4	0. 4
重量	光ラジカル重合開始剤(む タロキュアー1173	2. 6	2. 6	2. 6
部)	銀系触媒 (e) SB-65	1	1	1
	単官能アクリレート(f) プチルアクリレート	1	1	8
3	光重合によるテープ化な況		0	×
剝請	膨接着強度 Kgf/20mm 50℃×168時間(破壊形態)	7.7(海维)	4.8 (界面)	デーブ 化×の 為評価不可

【0033】 ※アクリレートを配合するため、光重合直後はに高い凝集 【発明の効果】本発明に係る光重合性組成物は、多官能※50 力を示し、十分な取り扱い性を発現するシートを供し得

10

る一方、上記2個以上のアルコキシシリル基を有する架 橋性ポリマー (a) には実質的に未反応状態のアルコキ シシリル基を有するため、被着体に対して十分な濡れを 示す。

【0034】又、上記2個以上のアルコキシシリル基を有する架橋性ポリマー(a)を含有した組成物中に、分子中に(メタ)アクリル基を2個以上有する(メタ)アクリルモノマー(b)とアミノ基を有するシランカップリング剤(c)とを含有しているため、光重合や架橋反応過程において、シランカップリング剤によるラジカル10重合阻害を実質的に生じることなく、硬化反応が速く進行するので、初期粘着力及び形状保持性に優れているとともに、特にコンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機材や木材等に対して十分な接着強度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有する接着剤層を形成し得る。

【0035】本発明に係る湿気硬化型粘接着性シートは、上記光重合性組成物を、光照射することにより重合して得られる、実質的に未反応状態のアルコキシシリル基を有するものであるので、被着体に対して十分な濡れ 20を有するとともに、経時により空気中の湿気等によりシ

ラノール基を介在した架橋が進行するため、反応速度が 速く、特にコンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機 材や木材等凹凸の表面を有する被着体に対して十分な接 着強度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有す る接着剤層を形成し得る。

【0036】また、上記湿気硬化型粘接着性シートが、 基材上に、実質的に未反応状態のアルコキシシリル基を 有する粘接着剤層が形成されてなるものである場合は、 上記効果に加えて、形状安定性が高く、修重体等として の保管が容易である。

【0037】本発明に係る部材の接合方法は、上記湿気硬化型粘接着性シートを被着体に貼り合わせ接合部材を貼り合わせた後、雰囲気中の湿気によって前記湿気硬化型粘接着性シートを硬化させる工程を包含するので、空気中の湿気等によりシラノール基を介在した架橋が速やかに進行するため、コンクリートやケイ酸カルシウム板等の無機材や木材等の被着体に対しても、接合部材がずれたりすることもなく、良好な作業環境下に、十分な接着強度を発現することが可能で、耐水性や耐久性を有する接着利層を形成し得る。

#### フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

C 0 9 J 133/04<sup>-</sup> 201/00

FΙ

テーマコード(参考)

C 0 9 J 133/04 201/00

F ターム(参考) 4F071 AA31 AA53 AA67 AC16 AE02 AE06 AE17 BC01 CB06 CB08

> 4F100 AH03H AH06H AK25B AK25J AK42 AK51 AK51J AK52B AK52K AL05B AL06B AR00B AT00A BA02 CA30B EJ67B GB90 JB07 JB20 JB20B JL00 JL11 JL13B

> 4J002 BG001 CK001 CP031 EH096 EX007 EZ037 FD010 FD147 FD200 GJ01 GJ02

4J004 AA01 AA17 AB01 AB07 CA06 CC02 DB03 FA08

4J040 ED001 EE021 EL021 FA231 FA232 FA271 FA272 FA281 FA282 FA291 FA292 GA02 GA31 HB19 HD36 JA09 JB04 JB08 JB09 KA13 KA16 LA06 LA07 MA01 MA06 MA08 PA32

# \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

# DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] Although an ordinary state is adhesiveness by photopolymerizing this invention, it is related with the junction approach of a member at the photopolymerization nature constituent which uses for adhesion and sealing of non-equipments, such as concrete and a calcium silicate plate, or wood, and can offer a suitable moisture hardening mold adhesive especially and the moisture hardening mold adhesion nature sheet obtained from this constituent, and a list. [0002]

[Description of the Prior Art] Before, in adhesion immobilization in various fields, an appearance of the adhesive which has both high initial adhesion and sufficient adhesive strength with the passage of time, and its junction approach is desired, and, recently, adhesives and the adhesive tape of moisture hardenability are used. The sealing material which blended with JP,63-61076,A the acrylic polymer which has an alkoxy silyl radical, and the polyether polymer which has an alkoxy silyl radical as adhesive tape of this moisture hardenability, for example is indicated. Since it is suitable for the junction of adherend and sealing of a clearance which have the front face of irregularity like non-equipments or wood since it can apply to adherend as a viscous liquefied constituent, such adhesives and a sealing material of moisture hardenability are used abundantly.

[0003] However, with this ingredient, there was a problem that adhesives cannot ooze out from a side when a member is joined, since it is liquefied, or the thickness of an adhesives layer became thin by sticking by pressure of a member, and after hardening could not discover the exfoliation force. Moreover, in order for hardening to take long duration, when it was going to perform processing at degree process immediately after joining a member, the problem of shifting or separating also had joint material.

[0004] In order to solve such a problem, it is in JP,9-137137,A, The adhesive tape which carried out coating of the photopolymerization nature constituent in which the cross-linking polymer which has the carboxyl group content vinyl monomer and two or more alkoxy silyl radicals other than an acrylate monomer was included, and photopolymerized it in the base material is indicated, and according to the publication of this official report, while initial adhesion is high, it is supposed that the adhesive tape which carries out moisture hardening by the passage of time, and can demonstrate powerful adhesive strength in non-equipments, wood, etc. was obtained.

[Problem(s) to be Solved by the Invention] however, surely in a technique given [ above-mentioned ] in an official report, it originates in a liquefied binder according to photopolymerization of a photopolymerization nature constituent -- oozing out -- etc. -- although the trouble was solved, according to this invention person's etc. examination, it was what needs an improvement further in respect of the junction force to non-equipments, wood, etc. after moisture hardening.

[0006] The purpose of this invention is as follows. Excel in initial adhesion and configuration holdout in view of the trouble in the field of the above-mentioned conventional moisture hardening mold adhesive. Things. Provide with the junction approach of a member the photopolymerization nature constituent which can offer the moisture hardening mold adhesive which it is possible to discover sufficient bond strength to non-equipments, wood, etc., such as concrete and a calcium silicate plate, especially, and has a water resisting property and endurance according to photopolymerization and the moisture hardening mold adhesion nature sheet which comes to use this constituent, and a list.

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, it is characterized by the cross-linking polymer which has two or more alkoxy silyl radicals in the (a) molecule, the acrylic monomer which has two or more acrylic (meta) radicals in the (b) molecule (meta), the silane coupling agent which has (c) amino group, and (d) photopolymerization nature initiator coming to contain the photopolymerization nature adhesion nature constituent concerning this invention according to claim 1. Moreover, it is characterized by the thing which the polymerization of the moisture hardening mold adhesion nature sheet concerning this invention according to claim 2 is carried out, and is acquired for it by carrying out the optical exposure of the photopolymerization nature constituent according to claim 1 and which have the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially.

[0008] Moreover, photopolymerization of the photopolymerization nature constituent according to claim 1 is carried out, and the moisture hardening mold adhesion nature sheet concerning this invention according to claim 3 is characterized by coming to form the adhesive layer which has the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially on a base material.

Furthermore, after the junction approach of the member concerning this invention according to claim 4 sticks lamination joint material for a moisture hardening mold pressure sensitive adhensive sheet according to claim 2 on adherend, it is characterized by including the process which stiffens said moisture hardening mold pressure sensitive adhensive sheet with the moisture in an ambient atmosphere.

[0009] Hereafter, this invention is further explained to a detail. In addition, in this specification, "an methacrylic radical or an acrylic radical" shall be displayed as an "acrylic (meta) radical." In a photopolymerization nature adhesion nature constituent according to claim 1, the cross-linking polymer (a) which has two or more alkoxy silyl radicals in a molecule contains. This cross-linking polymer (a) uses a polyether chain as a principal chain, and what has an alkoxy silyl radical in the end or side chain of an acrylic polymer, the thing which has an alkoxy silyl radical at the end of a polyether, the thing which has an alkoxy silyl radical at the end of a polycarbonate are mentioned.

[0010] As a commercial item, "KANEKA MS polymer 20A", "KANEKA MS polymer #300 series", "money umbrella IRIRU five A01" (above wholly Kaneka Co., Ltd. make), etc. are mentioned, for example. While moisture and moisture can hydrolyze, and the alkoxy silyl radical in this cross-linking polymer (a) can construct a bridge and being able to obtain high bond strength, if minerals front faces, such as a concrete wall, are pasted, "Si-O-M" association can be formed by the condensation reaction with metallic elements, such as aluminum which exists in a minerals front face, silicon, and iron, and the bond strength of an interface can be raised, for example.

[0011] Since the acrylic monomer (b) which the silane coupling agent (c) which has an amino group contains in the above-mentioned moisture hardening mold photopolymerization nature adhesion nature constituent, for this reason the junction force with non-equipments or wood will discover a water resisting property highly, and has two or more acrylic (meta) radicals in a molecule (meta) contains, high cohesive force can be discovered also in photopolymerization. As an acrylic monomer (b) which has two or more acrylic (meta) radicals in a molecule (meta), the vinyl group graft acrylate which carried out the graft of the unsaturated bond of radical polymerization nature to urethane acrylate, polyester acrylate, polyether acrylate, and polyacrylate is mentioned.

[0012] In the photopolymerization nature constituent of this invention, as an acrylic monomer which has an acrylic (meta) radical (meta), the acrylate monomer of \*\*\*\*\*\*\*\*\* which has one acrylic (meta) radical (meta) is good suitably, and the rate of the above (b) is preferably made into 50 - 100 % of the weight among both total quantity into a molecule besides the acrylate monomer (b) which has two or more acrylic (meta) radicals in a molecule (meta).

[0013] moreover, as a silane coupling agent (c) which has an amino group The alkoxysilane compound which has an activity amino group is used preferably. For example, 2, such as N-(2-aminoethyl)3-aminopropyl methyl dimethoxysilane Organic-functions silane coupling agent, The compound whose alkoxysilane section 3 organic-functions silane coupling agents, such as N-(2-aminoethyl)3-aminopropyl methyl trimetoxysilane, and the amino group of intramolecular are the compound of the 1st class, the 2nd class, and the 3rd class and the compound of the number of many amino groups, and is except methoxy is mentioned.

[0014] As the above-mentioned photopolymerization nature initiator (d), an optical radical polymerization nature initiator is used preferably. For example, 4-(2-hydroxy ethoxy) phenyl (2-hydroxy-2-propyl) ketone [Ciba-Geigy make, Trade name "DAROKYUA 2959"], 2-hydroxy - 2 and 2-dimethyl acetophenone [Ciba-Geigy make, Trade name "DAROKYUA 1173"], 1-hydroxy cyclohexyl phenyl ketone [Ciba-Geigy make, Trade name "IRUGAKYUA 184"], methoxy acetophenone, 2, and 2-dimethoxy-2-phenyl acetophenone [Ciba-Geigy make, Trade name "IRUGAKYUA 651" Acetophenone system initiators, such as], benzoin ethyl ether, Ketal system initiators, such as benzoin ether system initiators, such as the benzoin propyl ether, and benzyl dimethyl ketal, In addition, a halogenation ketone, acyl phosphine oxide, acyl HOSUFINATO, 2.4.6-trimethyl benzoyl diphenylphosphine oxide (the BASF A.G. make, trade name "RUSHIRIN TPO") etc. is mentioned, and these may be used independently and may be used together two or more kinds.

[0015] That whose molar extinction coefficient in the wavelength of 400nm is 100 or more among the above-mentioned optical radical polymerization nature initiators is desirable in respect of the reaction effectiveness of photopolymerization. When the cross-linking polymer (a) which has two or more alkoxy silyl radicals in a molecule is made into the 100 weight sections, combination of each above-mentioned component The acrylate monomer (b) which has an acrylic (meta) radical in a molecule (meta) The 10 - 100 weight section, It is desirable to make 0.1 - 10 weight section and an optical radical polymerization nature initiator (d) into 0.01 - 10 weight section for the with a molecular weight of 2000 or less silane coupling agent (c) which has an amino group in a molecule.

[0016] Furthermore, to the photopolymerization nature constituent of this invention, the monomer which has a silanol condensation catalyst, a bulking agent and an extending agent, a chain transfer agent, the silane coupling agent that has functional groups other than the amino group, a tackifier, and a reactant functional group can be added. As the above-mentioned silanol condensation catalyst, a well-known thing is conventionally usable. For example, a dibutyl tin JIRAU rate, dibutyl tin oxide, dibutyl tin diacetate, Dibutyl tin phthalate, screw (dibutyl tin lauric acid) oxide, Dibutyl tin bisacetylacetonate, a dibutyl tin screw (monoester malate), Tin system catalysts, such as tin octylate, dibutyl tin octoate, and dioctyl tin oxide, Tetra--n- Titanate compounds, such as butoxy titanate and tetra-isopropoxy titanate, dibutyl amine -2 - Amine salts, such as ethylhexoate, other acid catalysts, etc. are mentioned, and these are independent, or can use together and use two or more sorts.

[0017] When the cross-linking polymer (a) which has two or more alkoxy silyl radicals in a molecule is made into the 100 weight sections, combination of the above-mentioned tin system catalyst The acrylate monomer (b) which has an acrylic

(meta) radical in a molecule (meta) The 10 - 100 weight section, It is desirable to make [the with a molecular weight of 2000 or less silane coupling agent (c) which has an amino group in a molecule ] 0.01 - 10 weight section and a tin system catalyst (e) into 0.01 - 5 weight section for 0.1 - 10 weight section and an optical radical polymerization nature initiator (d). [0018] As the above-mentioned bulking agent, for example Glass balun, alumina balun, Inorganic system hollow particles, such as milt balun and fly ash balun, a glass bead, Inorganic system particles, such as a silica bead, silica gel, an alumina silica, fly ash, and synthetic mica, Porosity fillers, such as the diatom earth and a porosity silica, a polymethyl methacrylate, The organic system hollow particle which consists of an acrylonitrile-vinylidene-chloride copolymer, polystyrene, phenol resin, etc., A polymethyl-methacrylate bead, polystyrene beads, a nylon bead, A styrene acrylic bead, an urethane bead, a silicone bead, a polyethylene bead, Organic system particles, such as a polypropylene bead, a bead of an ethylene-vinylacetate copolymer, and a bead of polyacrylic acid ethyl, A cube-like alumina silica, a glass flake, a glass fiber, a chain-like clay mineral, etc. are mentioned, and these may be used independently and may be used together two or more kinds. [0019] In order to suppress dispersion in a polymerization reaction and to adjust the molecular weight of the copolymer obtained appropriately, in case [ above-mentioned ] photopolymerization is carried out A chain transfer agent may be added in a photopolymerization nature constituent. For example, n-dodecyl mercaptan, 2-mercaptoethanol, beta-mercaptopropionic acid. 2-ethylhexyl beta-mercaptopropionate, 3-methoxybutyl beta-mercaptopropionate, trimethylol propane tris (beta-thiopropionate), Halogenated compounds, such as thiol compounds, such as n-butyl thioglycolate, propane thiols, butane thiols, and thio phosphite, and a carbon tetrachloride, etc. are mentioned, and these may be used independently and may be used together two or more kinds.

[0020] The need is accepted in the range which does not check photopolymerization nature in the above-mentioned photopolymerization nature constituent. A tackifier may be added. For example, C5 system and C9 system hydrogenation petroleum resin, Hydrogenation rosin resin, hydrogenation rosin ester resin, hydrogenation terpene resin, hydrogenation terpene phenol resin, Comparatively little resin of unsaturated bonds, such as hydrogenation coumarone-indene resin, disproportionation rosin resin, disproportionation rosin ester resin, polymerization rosin resin, and polymerization rosin ester resin, is mentioned, and these may be used independently and may be used together two or more kinds.

[0021] Moreover, by addition of the above-mentioned tackifier, when there is polymerization inhibition, such as a molecular-weight fall and a rate-of-polymerization fall, it is necessary to adjust suitably the addition of the above-mentioned polyfunctional vinyl monomer or the above-mentioned chain transfer agent.

[0022] Next, the manufacture process conditions of the above-mentioned moisture hardening mold adhesion nature sheet are described. An above-mentioned photopolymerization nature constituent is applied on base materials, such as an exfoliation sheet, using coaters, such as a roll coater, as a fundamental process, and the approach of carrying out an optical exposure and carrying out a polymerization on a base material after that, is mentioned.

[0023] As a lamp usable to the above-mentioned optical exposure, what has an illuminant cloth, for example, a low pressure mercury lamp, a medium-voltage mercury-vapor lamp, a high-pressure mercury-vapor lamp, an ultrahigh pressure mercury lamp, a chemical lamp, a black light lamp, a microwave excitation mercury-vapor lamp, a metal halide lamp, etc. are mentioned to 400nm or less of light wave length, and light is efficiently emitted in the light of a wavelength field (usually 330-400nm) effective in decomposition of a photopolymerization nature initiator, and a chemical lamp is preferably used from the point that the polymerization of the thick-film sheet can be carried out efficiently etc.

[0024] Moreover, the exposure reinforcement of a lamp is suitably chosen by the engine performance of a product made into the purpose in order to influence the polymerization degree of the copolymer obtained with a photopolymerization nature constituent. In the case of the photopolymerization nature initiator of the cleavage mold which has the usual acetophenone radical, for example, the above-mentioned exposure reinforcement When it becomes low, the time amount to reaction initiation for the polymerization inhibition by oxygen Dispersion, Since it becomes impossible that it will be hard to balance a pressure-sensitive adhesive property, and cohesive force and stress relaxation nature in order for an early radical yield to increase and for molecular weight to fall if the polymerization object fixed [a degree's of polymerization] becomes is hard to be obtained and it becomes high, it is 0.1 - 100 mW/cm2. The range is desirable.

[0025] The above-mentioned moisture hardening mold adhesion nature sheet in the constituent containing the cross-linking polymer (a) which has a silyl radical Since the silane coupling agent (c) which has the acrylic monomer (b) which has two or more acrylic (meta) radicals in a molecule (meta), and an amino group is contained, Since the bridge formation between which the silanol group by moisture etc. was placed advances promptly for this reason, while the adhesive layer in which after photopolymerization has the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially is formed, and excelling in initial adhesion and configuration holdout It is possible to discover sufficient bond strength also to the split face of non-equipments, such as concrete and a calcium silicate plate, wood, etc. especially, and the adhesives layer which has a water resisting property and endurance can be formed.

[0026] When the process which stiffens said moisture hardening mold adhesion nature sheet is included and non-equipments, wood, etc., such as concrete and a calcium silicate plate, are used as adherend or joint material with the moisture in an ambient atmosphere after the junction approach of a member according to claim 3 stuck lamination joint material for the above-mentioned moisture hardening mold adhesion nature sheet on adherend, it is especially effective.

[0027] Hereafter, the example of this invention is explained. In addition, the figure of the following combination presentations means the "weight section."

[0028]

[Example] (An example 1 and examples 1 and 2 of a comparison)

According to the combination presentation of "preparation of photopolymerization nature constituent" table 1, the various polymers of (a) - (f), the monomer, the catalyst, etc. were added into the carboy, after carrying out churning mixing until it carried out homogeneity distribution, it was filled up with nitrogen gas, dissolved oxygen was removed, and the photopolymerization nature constituent was prepared.

[0029] Specifically, let a denaturation silicone polymer (the Kaneka Co., Ltd. make, trade name "the KANEKA MS polymer 303") be the acrylic monomer (b) which has two or more acrylic radicals in a molecule as a cross-linking polymer (a). 2 organic-functions urethane acrylate (the Shin-Nakamura Chemical Co., Ltd. make and trade name "UA-340P") An amino silane (the Chisso Corp. make, trade name "S320") as a silane coupling agent (c) which has an amino group as a photopolymerization nature initiator (d) 2.4.6-trimethyl benzoyl diphenylphosphine oxide (the BASF A.G. make --) a trade name "RUSHIRIN TPO" and 2-hydroxy-2 and 2-dimethyl acetophenone (the Ciba-Geigy make --) Butyl acrylate was further used for the trade name "DAROKYUA 1173" Merck Co. make as monofunctional acrylate (f), using screw (dibutyl tin lauric acid) oxide (the Sankyo Organic Chemicals make and trade name "SB-65") as a tin system catalyst (e). [0030] Coating of the "production of moisture hardening mold adhesiveness sheet" above-mentioned photopolymerization nature constituent is carried out on the mold release processing side of the 38-micrometer transparent polyethylene terephthalate (PET) film by which one side mold release processing was carried out, after covering so that a mold release processing side may contact an exposure with the still more nearly same PET film, a chemical lamp is used, and it is 2 the exposure reinforcement of 5mW/cm. Ultraviolet rays are irradiated for 15 minutes. The moisture hardening mold pressure sensitive adhesive sheet with a given in Table 1 thickness of 1.0\*\*0.2mm was obtained.

Mold release PET of one side after irradiating the manifestation (tape-izing) ultraviolet rays of cohesive force When it removed, it was estimated that tape-ization was completed with the condition of carrying out interfacial peeling, from the PET film, without the above-mentioned pressure sensitive adhesive sheet carrying out cohesive failure.

Whenever [ exfoliation strong ], first, after removing the PET film of one side after cutting out the above-mentioned moisture hardenability pressure sensitive adhesive sheet in width-of-face [ of 20mm ] x die length of 20mm, and sticking on the end of the longitudinal direction of a calcium silicate plate (5mm in Japanese test panel company make and width-of-face [ of 20mm ] x die-length [ of 40mm ] x thickness), it inserts with the same calcium silicate plate, and it is 2kg. Two \*\*\*\*s of sticking-by-pressure rollers are carried out the rate for 300mm/. It was stuck by pressure and left in the 50 more-degree C thermostatic chamber for 168 hours. The result of having measured 180-degree-C cleavage bond strength by part for 300mm/in hauling rate was shown in Table 1 with the destructive gestalt. However, units are Kgf / 20mm width of face. [0032]

[Table 1]

	-	実施例	比 較 例	
	, <u>, , , , , , , , , , , , , , , , , , </u>	1	1	2
配合合	アルコキシシリル基含有架橋性ポリマ ー(a) MS 3 0 3	1 0 0	100	100
	2 官能性ウレタンアクリレート(b) UA-340P	5 0	5 0	
組成	アミノシラン (c) <b>S320</b>	4		4
^	光ラジカル重合開始剤(d) ルシリン TP	0. 4	0. 4	0. 4
重量部)	光ラジカル重合開始剤(d) タロキュアー1173	2. 6	2, 6	2, 6
	錫系触媒 (e) SB-65	1	1	1
	単官能アクリレート(f) プチルアクリレート	1	1	8
)	光重合によるテープ化状況		0	* <b>X</b>
剁烤	剝離接着強度 Kgf/20mm 50℃×168時間(破壊形態)		4.8 (界面)	デーブ 化×の 為評価不可

# [0033]

[Effect of the Invention] in order that the photopolymerization nature constituent concerning this invention may blend polyfunctional acrylate, it is alike immediately after photopolymerization, high cohesive force is shown, and while the sheet which discovers sufficient handling nature can be offered, since it has the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially in the cross-linking polymer (a) which has the two or more above-mentioned alkoxy silyl radicals, sufficient \*\*\*\* is shown to adherend.

[0034] moreover In the constituent containing the cross-linking polymer (a) which has the two or more above-mentioned alkoxy silyl radicals Since the silane coupling agent (c) which has the acrylic monomer (b) which has two or more acrylic (meta) radicals in a molecule (meta), and an amino group is contained, Since a hardening reaction advances quickly in photopolymerization or a crosslinking reaction process, without producing substantially the radical polymerization inhibition by the silane coupling agent While excelling in initial adhesion and configuration holdout, it is possible to discover sufficient bond strength to non-equipments, wood, etc., such as concrete and a calcium silicate plate, especially, and the adhesives layer which has a water resisting property and endurance can be formed.

[0035] The moisture hardening mold adhesion nature sheet concerning this invention is the thing which is obtained by carrying out a polymerization and which has the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially by carrying out the optical exposure of the above-mentioned photopolymerization nature constituent. Since it is and the bridge formation which intervened the silanol group with the moisture in air etc. advances by the passage of time while having sufficient \*\*\*\* to adherend, a reaction rate is quick, it is possible to discover sufficient bond strength to the adherend which has the front face of irregularity, such as non-equipments, wood, etc., such as concrete and a calcium silicate plate, especially, and the adhesives layer which has a water resisting property and endurance can be formed.

[0036] Moreover, when the above-mentioned moisture hardening mold adhesion nature sheet is the thing which comes to form the adhesive layer which has the alkoxy silyl radical of an unreacted condition substantially on a base material, in addition to the above-mentioned effectiveness, configuration stability is high, and the storage as \*\*\*\*\*\* etc. is easy. [0037] Since the junction approach of the member concerning this invention includes the process which stiffens said moisture hardening mold adhesion nature sheet with the moisture in an ambient atmosphere after sticking lamination joint material for

the above-mentioned moisture hardening mold adhesion nature sheet on adherend, Without joint material shifting also to adherends, such as non-equipments, such as concrete and a calcium silicate plate, and wood, since the bridge formation which intervened the silanol group with the moisture in air etc. advances promptly, it is possible to discover sufficient bond strength and the adhesives layer which has a water resisting property and endurance can be formed in the bottom of good work environment.

[Translation done.]